

後、 0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する（指示薬：チモールブルー・ N,N -ジメチルホルムアミド試液 1 mL ）。ただし、滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青緑色に変わるとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
 $= 27.726\text{ mg C}_9\text{H}_{17}\text{N}_7\text{O}_2\text{S}$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 密閉容器。

アザチオプリン錠

Azathioprine Tablets

本品は定量するとき、表示量の $95 \sim 105\%$ に対応するアザチオプリン ($\text{C}_9\text{H}_{17}\text{N}_7\text{O}_2\text{S}$: 277.26) を含む。

製 法 本品は「アザチオプリン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「アザチオプリン」 0.01 g に対応する量をとり、水 50 mL を加え、加温してよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL につき、「アザチオプリン」の確認試験(1)を準用する。

(2) (1) のろ液 1 mL につき、「アザチオプリン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 $278 \sim 282\text{ nm}$ に吸収の極大を示す。

(4) 本品を粉末とし、表示量に従い「アザチオプリン」 0.1 g に対応する量をとり、アンモニア水(28)のメタノール溶液($1 \rightarrow 10$) 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にアザチオプリン標準品 0.1 g をアンモニア水(28)のメタノール溶液($1 \rightarrow 10$) 10 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 $5\text{ }μ\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アンモニア水(28)のメタノール溶液($1 \rightarrow 10$) /ギ酸 n -ブチル/1,2-ジクロロエタン混液(15:10:5:2)を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アザチオプリン ($\text{C}_9\text{H}_{17}\text{N}_7\text{O}_2\text{S}$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 3 mL を正確に量り、 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にアザチオプリン標準品を 105°C で 5 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 20 mL に溶かし、 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、 0.1

mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

$$\begin{aligned} \text{アザチオプリン (C}_9\text{H}_{17}\text{N}_7\text{O}_2\text{S) の量 (mg)} \\ = \text{アザチオプリン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_s} \end{aligned}$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

亜酸化窒素

Nitrous Oxide

$\text{N}_2\text{O} : 44.01$

本品は定量するとき、亜酸化窒素 (N_2O) 97.0 vol\% 以上を含む。

性 状 本品は室温、大気圧下において無色のガスで、においてはない。

本品 1 mL は温度 20°C 、気圧 101.3 kPa で、水 1.5 mL 又はエタノール(95) 0.4 mL に溶け、ジエチルエーテル又は脂肪油にやや溶けやすい。

本品 1000 mL は温度 0°C 、気圧 101.3 kPa で約 1.96 g である。

確認試験

(1) 本品に木片の燃えさしを入れると、木片は直ちに燃える。

(2) 本品及び亜酸化窒素 1 mL ずつを、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、それぞれガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリジン中に採取する。これらのガスにつき、定量法の操作条件でガスクロマトグラ法により試験を行うとき、本品から得た主ピークの保持時間は、亜酸化窒素の保持時間に一致する。

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上、 $18 \sim 22^\circ\text{C}$ に保った後、 20°C で、気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする。

(1) 酸又はアルカリ 新たに煮沸して冷却した水 400 mL にメチルレッド試液 0.3 mL 及びプロモチモールブルー試液 0.3 mL を加え、5 分間煮沸する。その 50 mL ずつを 3 本のネスラー管 A、B 及び C に入れる。更に A 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を、B 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加え、密栓して冷却する。次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し、15 分間で本品 1000 mL を A 管中に通じるとき、液の色は B 管中の液のだいだい赤色又は C 管中の液の黄緑色より濃くない。

(2) 二酸化炭素 水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ、本品 1000 mL を(1)と同様の方法で通じるとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液：水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ、炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える。

(3) 酸化性物質 ヨウ化カリウムデンプン試液 15 mL ずつを 2 本のネスラー管 A 及び B にとり、これに酢酸(100) 1 滴ずつを加えて混和し、A 液及び B 液とする。A 液に本品 2000 mL を(1)と同様の方法で 30 分間で通じるとき、A 液の色は密栓して放置した B 液の色と同じである。

(4) 過マンガン酸カリウム還元性物質 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり、これに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL ずつを加え、A 液及び B 液とする。A 液に本品 1000 mL を(1)と同様の方法で通じるとき、A 液の色は B 液の色と同じである。

(5) 塩化物 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり、これに硝酸銀試液 0.5 mL ずつを加えて混和し、A 液及び B 液とする。A 液に本品 1000 mL を(1)と同様の方法で通じるとき、A 液の混濁は B 液の混濁と同じである。

(6) 一酸化炭素 本品 5.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリジン中に採取する。このものにつき、次の条件でガスクロマトグラ法により試験を行うとき、一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 300 ~ 500 μm のガスクロマトグラフ用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする。

カラム温度：50 °C 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：一酸化炭素の保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に一酸化炭素 0.1 mL 及び空気 0.1 mL を採取し、キャリヤーガスを加えて 100 mL とし、よく混合する。その 5.0 mL につき、上記の条件で操作するとき、酸素、窒素、一酸化炭素の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス 5.0 mL から得た一酸化炭素のピーク高さが約 10 cm になるように調整する。

定量法 本品の採取は純度試験を準用する。

本品 1.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリジン中に採取し、このものにつき、次の条件でガスクロマトグラ法により試験を行い、空気のピーク面積 A_T を求める。別に混合ガス調製器に窒素 3.0 mL を採取し、キャリヤーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0 mL につき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積 A_s を求める。

$$\text{亜酸化窒素の量 (N}_2\text{O) (vol\%)} = 100 - 3 \times \frac{A_T}{A_s}$$

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 300 ~ 500 μm のガスクロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 °C 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 2 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 3.0 mL を採取し、本品を加えて 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき、上記の条件で操作するとき、窒素、本品の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき、試験を 5 回繰り返すとき、窒素のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯 法

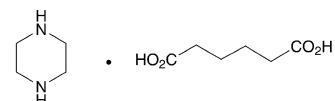
保存条件 40 °C 以下で保存する。

容 器 耐圧金属製密封容器。

アジピン酸ピペラジン

Piperazine Adipate

ピペラジンアジピン酸塩



$C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$: 232.28

Piperazine hexanedioate [142-88-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、アジピン酸ピペラジン ($C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、わずかに酸味がある。

本品は水又は酢酸(100)にやや溶けやすく、エタノール(95)、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 250 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、塩酸 1 mL を加えてジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 152 ~ 155 °C である。

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) 3 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参考スペクトルを比較すると、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かすとき、液は